

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2000-026774**

(43)Date of publication of application : **25.01.2000**

(51)Int.Cl.

C09D 11/00

C09B 67/46

C09D 5/00

C09D 7/12

(21)Application number : **10-194710**

(71)Applicant : **mitsui chemicals inc**

(22)Date of filing : **09.07.1998**

(72)Inventor : **OKUMA TADASHI
KIYONO KAZUHIRO
OI TATSU**

(54) ULTRAFINE PARTICULAR COLORING MATTER DISPERSION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject dispersion capable of providing a clear image having high transparency, and useful for an inkjet ink or the like by including a coloring matter obtained by dissolving the coloring matter hardly soluble in an aqueous solvent in a water-soluble polymer, and dispersing the dissolved coloring matter in the aqueous solvent, and having a particle diameter equal to or smaller than a prescribed value.

SOLUTION: This dispersion is obtained by dissolving one or more coloring matters or the like having <0.1 wt.% solubility in an aqueous solvent and selected from the group of an azo-based, an anthraquinone-based, a phthalocyanine-based, an olefin-based and a quinophthalone-based coloring matters in a water-soluble polymer such as polyvinylpyrrolidone, and dispersing the dissolved coloring matter or the like in the aqueous solvent, and contains the coloring matter having ≤ 200 nm particle diameter and in an amount regulated so that the concentration of the coloring matter may be $\geq 0.1\%$. Preferably, an inkjet ink, an aqueous ink and an aqueous coating material are produced by using the ultrafine particular coloring matter dispersion.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

07.07.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-26774
(P2000-26774A)

(43) 公開日 平成12年1月25日 (2000.1.25)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	特開2000-26774A (参考)
C 0 9 D 11/00		C 0 9 D 11/00	4 J 0 3 8
C 0 9 B 67/46		C 0 9 B 67/46	B 4 J 0 3 9
C 0 9 D 5/00		C 0 9 D 5/00	A
7/12		7/12	A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願平10-194710	(71) 出願人	000005887 三井化学株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号
(22) 出願日	平成10年7月9日 (1998.7.9)	(72) 発明者	大熊 正 神奈川県横浜市栄区笠岡町1190番地 三井化学株式会社内
		(72) 発明者	清野 和浩 神奈川県横浜市栄区笠岡町1190番地 三井化学株式会社内
		(72) 発明者	大井 龍 神奈川県横浜市栄区笠岡町1190番地 三井化学株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 超微粒子色素分散液

(57) 【要約】

【解決手段】 水系溶媒に対する溶解度が0.1重量%未満である色素を水性高分子に溶解させた後、水系溶媒に分散させて得られる粒子径200nm以下の色素を含有する色素濃度0.1重量%以上の超微粒子色素分散液。

【効果】 極めて透明性が高く、インクジェットインク、水性インク、水性塗料として有用で、しかも、鮮明な画像を形成することができる色素分散液を提供する。

(2)

特開2000-26774

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水系溶媒に対する溶解度が0.1重量%未満である色素を水性高分子に溶解させた後、水系溶媒に分散させて得られる粒子径200nm以下の色素を含有する色素濃度0.1重量%以上の超微粒子色素分散液。

【請求項2】 色素がアゾ系、アントラキノン系、フタロン系、オレフィン系およびキノフタロン系色素からなる群から選択される少なくとも一つの色素である請求項1記載の色素分散液。

【請求項3】 色素を水性高分子に溶解させた後、水系溶媒に分散させることを特徴とする請求項1または2記載の色素分散液を製造する方法。

【請求項4】 請求項1または2記載の分散液を用いたインクジェットインク。

【請求項5】 請求項1または2記載の分散液を用いた水性インク。

【請求項6】 請求項1または2記載の分散液を用いた水性塗料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水系溶媒に難溶性の色素を超微粒子として分散した色素分散液、ならびにその製造方法、および該分散液を用いたインクジェットインク、水性インク組成物、水性塗料に関する。

【0002】

【従来の技術】インクジェットインク、水性インク、水性塗料の市場では、透明性の高い水性分散液で、かつ、高い鮮明性を示す印刷画像が得られる水性分散液が求められている。これらの分野においては、水系溶媒に難溶性の有機色素を用いて分散させる試みが行われており、例として、特開昭61-283875号公報、特開昭64-6074号公報、特開平1-31881号公報、特開昭55-80477号公報、特開昭58-13675号公報、特開昭62-225577号公報、特開平1-213377号公報などに記載の方法が知られている。

2

しかし、これらの方法では、色素粒子の凝集により粒子径が大きくなり、あるいは凝集抑制のため、予め粒子径が大きな色素粒子を用いており、分散液の透明性が低い、あるいは、インクジェットインクとして用いた際には、噴射ノズルの目詰まりを招く等の問題がある。

【0003】また、インクジェットインクの分野では、高画質化に伴ない噴射ノズルの微細化が進んでおり、ノズルの目詰まり防止のため、粒子径200nm以下のインクが必要とされている。しかし、水系溶媒による色素分散液では、色素粒子の凝集抑制が難しく、その超微粒子化は困難であった。特開平8-188722号公報には、水に難溶性特定のアゾ系金属錯塩染料に限り、アミロース誘導体の6~8重体で、分子量1000~13000の水溶性環状糖類であるシクロデキストリンを用い、水溶性化させる方法が知られている。この方法では、特定のアゾ系金属錯塩染料にのみシクロデキストリンの包接機能が発現、水溶性化を試みているが、一部のアゾ系金属錯塩染料やフタロン系染料については包接していない。また、包接機能を有しない水溶性化合物や、金属錯体を形成していないアゾ系色素やアントラキノン系、オレフィン系、キノフタロン系等の色素については何ら記載されていない。

【0004】分散染料や昇華転写記録用色素の分野で使用される色素として、例えば、特開昭61-227092号公報等には下記一般式(1) (化1)のキノフタロン色素が、特開昭54-39437号公報等には下記式(2) (化1)のアントラキノン色素が、特開昭53-139880号公報等には下記式(3) (化1)のアントラキノン色素が記載され、比較的入手が容易な化合物である。しかし、インクジェットインク用色素として用いる場合、従来公知の粉碎方法や微粒子形成方法では、凝集抑制しながら粒径200nm以下の色素粒子を形成させることは難しい。

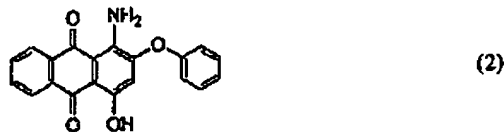
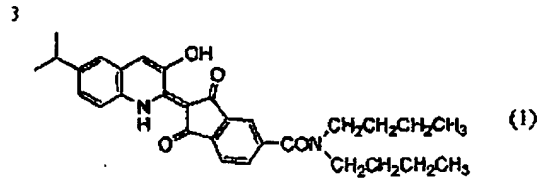
【0005】

【化1】

(3)

特開2000-26774

4



【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、鮮明な印刷画像が得られる透明性の高い色素分散液、およびその製造方法、該分散液を用いたインクジェットインク、水性インク、水性塗料を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記の課題を解決するため、鋭意検討した結果、水系溶媒に難溶性の色素を、特殊な方法で超微粒子化することにより、優れた性能を有する色素分散液が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、①水系溶媒に対する溶解度が0.1重量%未満である色素を水系溶媒に溶解させた後、水系溶媒に分散させて得られる粒子径200nm以下の色素を含有する色素濃度0.1重量%以上の超微粒子色素分散液に関するものである。また、本発明は、②色素がアゾ系、アントラキノン系、フタロシアニン系、オレフィン系およびキノフタロン系色素からなる群から選択される少なくとも一つの色素である前記①記載の色素分散液、③色素を水系溶媒に溶解させた後、水系溶媒に分散させる前記①または②の色素分散液を製造する方法、④前記①または②の分散液を用いたインクジェットインク、水性インク、水性塗料に関するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の超微粒子色素分散液は、水系溶媒に対し難溶性の色素を水系溶媒に溶解した後、水系溶媒と混合することによって得られるもので、従来技術の水系分散液中の微粒子と比べて極めて粒子径が小さく、透明性に優れた水系分散液であり、該分散液を利用して得られる印刷画像は極めて高い鮮明性を示すものである。

【0009】本発明の超微粒子色素分散液において、水系溶媒とは、水と相溶性を有する溶媒であり、色素の溶解度が0.1重量%未満であり、且つ、水系溶媒に

0.1重量%以上溶解せしめるものであれば良い。具体的には、水；メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、sec-ブタノール、アミルアルコール、エチレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、グリセリン等のアルコール系溶剤；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、メチルシクロヘキサノン等のケトン系溶剤；ブチルアミン、シクロヘキシルアミン、アニリン、エチレンジアミン、ピリジン、モルホリン、2-アミノエタノール、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、アミノエチルエタノールアミン等のアミン系溶剤などが挙げられる。

【0010】水系溶媒の種類および使用量は、使用する色素と水系溶媒の組み合わせにより異なる。好ましい水系溶媒は、常圧における沸点が300℃以下のものであり、特に好ましいのは、水である。また、その使用量は、色素1重量部に対し、1～1000重量部、好ましくは、5～100重量部である。

【0011】本発明の方法において、使用する水系溶媒は、使用する色素を1重量%以上、好ましくは10重量%以上溶解する。また、水系溶媒の平均分子量は、通常1000以上、好ましくは5000以上である。さらに、本発明の方法において、使用する水系溶媒は、使用する水系溶媒に対し、0.1重量%以上、好ましくは1重量%以上の溶解度を有する。

【0012】本発明の超微粒子色素分散液において、使用する水系溶媒の例としては、ポリビニルピロリドン（インターナショナルスベシヤリティープロダクツ（株）製品PVPK-15、K-30、K-60、K-90、K-120等）、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコールノニルフェニルエーテル（ライオン（株）製品リボノックスNC140、150、200、250、300、400、500；花王（株）製品エマ

(4)

特開2000-26774

5

6

ルゲン906、912、916、920、985等]、
高級アルコール系[ライオン(株)製品レオコールSC
200、300、400、レオックスLC150、TC
-150等]、ポリオキシアルキレングリコール系[ラ
イオン(株)製品レオコン2400E、5050G
等]、アルキルアミンEO付加物[ライオン(株)製品
エソミンHT/12、14、17、30等]、アルキル
アミドEO付加物[ライオン(株)製品エマソイドHT
/15、HT/60、O/15等]等の非イオン型界面
活性剤、ナフトール/ホルマリン/亜硫酸ソーダの縮合
物、クレゾール/ホルマリン/亜硫酸ソーダの縮合物、
アルキル(またはフェニル)エーテル硫酸エステル塩、
アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩等のアニオン系
界面活性剤、ポリ乳酸等のポリアミノ酸等が挙げられ、
これらをユニットとして含む共重合高分子でもよい。

【0013】また、用いる水溶性高分子は、直鎖状のものを用いるが、色素の溶解性や水への分散性を妨げなければ、分岐状のものを用いても構わない。但し、鏈鎖は、色素の溶解性、水系溶媒中での分散安定性が劣ることから好ましくない。これらの水溶性高分子は、単独
20 であるいは2種以上の混合物として用いることができる。さらに、その他の添加剤として、エチレングリコール、グリセリン等の湿潤剤、防腐剤等を含有してもよい。その使用量は、色素1重量部に対し1000重量部以下、好ましくは、0.1~100重量部である。

【0014】本発明の超微粒子色素分散液は、具体的には、(1)まず、水系溶媒に対する溶解度が0.1重量%未満である色素を、水溶性高分子に溶解させ、(2)次いで、得られた色素含有水溶性高分子を水系溶媒に添加し、分散させる。方法により製造される。本発明の超微
40 粒子色素分散液の製造方法において、色素を水溶性高分子に溶解させる場合、色素、水溶性高分子の物性や形状、あるいは作業性により異なるが、通常、水溶性高分子の有機溶媒溶液に固体である色素を装入する。色素と水溶性高分子の装入順序が逆であっても、また、同時に装入しても構わない。すなわち、水溶性高分子を有機溶剤に溶解させ、次いで、色素を溶解させた後、有機溶媒を留去する方法、あるいは、色素と水溶性高分子を同時に添加して有機溶剤に溶解させた後、有機溶媒を留去する
方法等が用いられる。水溶性高分子あるいは色素が室温で液体である場合には、この有機溶媒を使用すること無く、攪り込み等の混合操作により溶解させてもよい。色素を水溶性高分子に溶解させる温度は、色素や水溶性溶剤の安定性にもよるが、300℃以下である。好ましくは、0~250℃、更に好ましくは、20~200℃である。

【0015】また、色素含有水溶性高分子の水系溶媒への装入方法は、通常、水系溶媒に色素含有水溶性高分子を装入する。色素含有水溶性高分子の物性や形状、あるいは作業性により、色素含有水溶性高分子に水系溶媒を
50

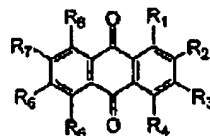
添加してもよい。添加温度は色素、水溶性高分子、水系溶媒の安定性や水系溶媒の物性にもよるが、通常300℃以下、好ましくは0~200℃である。また、その分散は、機械的な攪拌等によって簡単に実施でき、攪拌速度、攪拌機形状等に関係なく、粒子径200nm以下の色素粒子を含む分散液を得ることができる。

【0016】この際用いる有機溶媒としては、水溶性高分子と色素の組み合わせにより異なるが、水溶性高分子と色素を溶解させるものが好ましい。具体的には、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、sec-ブタノール、アミルアルコール、エチレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、グリセリン等のアルコール系溶剤；ベンゼン、トルエン、キシレン、アニソール、フェネトール、クロロベンゼン、トリフルオロメチルベンゼン、フッ化ベンゼン、フェノール等の芳香族炭化水素溶剤；ヘキサン、シクロヘキサン、ジクロロメタン、クロロホルム、ジクロロエタン、トリクロロエタン、パークロロエチレン等の脂肪族炭化水素溶剤；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、メチルシクロヘキサノン等のケトン系溶剤；ブチルアミン、シクロヘキシルアミン、アニリン、エチレンジアミン、ピリジン、モルホリン、2-アミノエタノール、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、アミノエチルエタノールアミン等のアミン系溶剤；N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、スルホラン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、ジメチルカーボネート等の非プロトン性極性溶媒などが挙げられる。好ましくは、常圧における沸点が300℃以下である有機溶剤である。

【0017】本発明の超微粒子色素分散液において、使用される色素は、使用する水系溶媒に対する溶解度が0.1重量%未満で、かつ、水溶性高分子に0.1重量%以上、好ましくは、1重量%以上溶解するものである。その例として、下記一般式(4)(化2)で示されるアントラキノン系色素、

【0018】

【化2】



(4)

(式中、R₁、~R₈は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシ基、アミノ基、置換または無置換アルキル基、置換または無置換アリール基、置換または無置換ヘテロ芳香族基、置換または無置換アルコキシ基、置換または無置換アリールオキシ基、置換または無置換のアルキルチオ基、置換または無置換のアリールチオ基、置換または無置換のアルキルカ

(5)

特開2000-26774

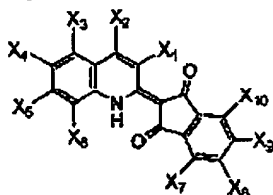
7

ルボニル基、置換または無置換のアリールカルボニル基、置換または無置換のアルコキシカルボニル基、置換または無置換のアリールオキシカルボニル基、置換又は無置換のアルキルアミノカルボニル基、置換又は無置換のアリールアミノカルボニル基、置換または無置換アルキルアミノ基、置換または無置換ジアルキルアミノ基、置換又は無置換のアリールアミノ基、置換又は無置換のジアリールアミノ基、置換又は無置換のアルキルアリールアミノ基を表す。)

下記一般式(5)(化3)で示されるキノフタロン系色素

[0019]

[化3]



(5)

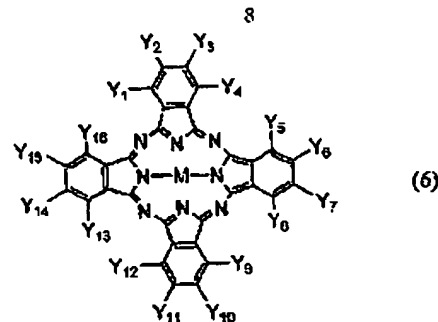
(式中、X、~X₁₀は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシ基、アミノ基、置換または無置換アルキル基、置換または無置換アリール基、置換または無置換ヘテロ芳香族基、置換または無置換アルコキシ基、置換または無置換アリールオキシ基、置換または無置換のアルキルチオ基、置換または無置換のアリールチオ基、置換または無置換のアルキルカルボニル基、置換または無置換のアリールカルボニル基、置換または無置換のアルコキシカルボニル基、置換または無置換のアリールオキシカルボニル基、置換又は無置換のアルキルアミノカルボニル基、置換又は無置換のアリールアミノカルボニル基、置換または無置換アルキルアミノ基、置換または無置換ジアルキルアミノ基、置換又は無置換のアリールアミノ基、置換又は無置換のジアリールアミノ基、置換又は無置換のアルキルアリールアミノ基を表す。)

下記一般式(6)(化4)で示されるフタロシアニン系色素

[0020]

[化4]

40



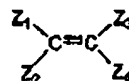
(6)

(式中、Y、~Y₁₆は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシ基、アミノ基、置換または無置換アルキル基、置換または無置換アリール基、置換または無置換ヘテロ芳香族基、置換または無置換アルコキシ基、置換または無置換アリールオキシ基、置換または無置換のアルキルチオ基、置換または無置換のアリールチオ基、置換または無置換のアルキルカルボニル基、置換または無置換のアリールカルボニル基、置換または無置換のアルコキシカルボニル基、置換又は無置換のアリールオキシカルボニル基、置換又は無置換のアルキルアミノカルボニル基、置換又は無置換のアリールアミノカルボニル基、置換または無置換アルキルアミノ基、置換または無置換ジアルキルアミノ基、置換又は無置換のアリールアミノ基、置換又は無置換のジアリールアミノ基、置換又は無置換のアルキルアリールアミノ基を表し、Mは2個の水素原子、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ru、Rh、Pd、Pt、AlX、SiX₂、GeX₂、SnX₂、(但し、Xは、F、Cl、Br、I、ヒドロキシ基、アルコキシ基、トリアルキルシリルオキシ基、トリアルキルゲルマニウムオキシ基、トリアルキルスタニルオキシ基を表す。))を表す。]

下記一般式(7)(化5)で示されるオレフィン系色素

[0021]

[化5]



(7)

(式中、Z、~Z₄は各々独立に、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシ基、アミノ基、置換または無置換アルキル基、置換または無置換アリール基、置換または無置換ヘテロ芳香族基、置換または無置換アルコキシ基、置換または無置換アリールオキシ基、置換または無置換のアルキルチオ基、置換または無置換のアリールチオ基、置換または無置換のアルキルカルボニル基、置換または無置換のアリールカルボニル基、置換または無置換のアルコキシカルボニル基、置換又は無置換のアリールオキシカルボニル基、置換又は

50

(7)

特開2000-26774

11

基等の炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のアルキル基。

【0024】フルオロメチル基、トリフルオロメチル基、クロロメチル基、ジクロロメチル基、トリクロロメチル基、ブロモメチル基、ジブロモメチル基、トリブロモメチル基、フルオロエチル基、クロロエチル基、ブロモエチル基、トリフルオロエチル基、ペンタフルオロエチル基、テトラクロロエチル基、ヘキサフルオロイソプロピル基等のハロゲン原子が1～21個置換した炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のハロゲン化アルキル基、メトキシメチル基、エトキシメチル基、プロポキシメチル基、ブトキシメチル基、ペントキシメチル基、ヘキシルオキシメチル基、シクロヘキシルオキシメチル基、メトキシエチル基、エトキシエチル基、プロポキシエチル基、ブトキシエチル基、ペントキシエチル基、ヘキシルオキシエチル基、シクロヘキシルオキシエチル基、メトキシエトキシエチル基、メトキシプロピル基、エトキシプロピル基、プロポキシプロピル基、ブトキシプロピル基、ペントキシプロピル基、ヘキシルオキシプロピル基、シクロヘキシルオキシプロピル基、メトキシエトキシプロピル基等の炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のアルコキシ基が置換したアルキル基、ヒドロキシメチル基、ヒドロキシエチル基、ヒドロキシプロピル基等のヒドロキシ基が置換した炭素数1～10アルキル基。

【0025】メチルチオメチル基、エチルチオメチル基、プロピルチオメチル基、ブチルチオメチル基、ペンチルチオメチル基、ヘキシルチオメチル基、シクロヘキシルチオメチル基、メチルチオエチル基、エチルチオエチル基、プロピルチオエチル基、ブチルチオエチル基、ペンチルチオエチル基、ヘキシルチオエチル基、シクロヘキシルチオエチル基、メトキシエチルチオエチル基、メチルチオプロピル基、エチルチオプロピル基、プロピルチオプロピル基、ブチルチオプロピル基、ペンチルチオプロピル基、ヘキシルチオプロピル基、シクロヘキシルチオプロピル基、メトキシエチルチオプロピル基等の炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のアルキルチオ基が置換したアルキル基、N-メチルアミノメチル基、N、N-ジメチルアミノメチル基、N-エチルアミノメチル基、N、N-ジエチルアミノメチル基、N-プロピルアミノメチル基、N、N-ジプロピルアミノメチル基、N-メチル-N-エチルアミノメチル基、N-メチルアミノエチル基、N、N-ジメチルアミノエチル基、N-エチルアミノエチル基、N、N-ジエチルアミノエチル基、N-プロピルアミノエチル基、N-メチル-N-エチルアミノエチル基、N-メチルアミノプロピル基、N、N-ジメチルアミノプロピル基、N-エチルアミノプロピル基、N、N-ジエチルアミノプロピル基、N-プロピルアミノプロピル基、N、N-ジプロピルアミノプロピル基、

12

N-エチル-N-ブチルアミノプロピル基等の炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のアルキルアミノ基又はジアルキルアミノ基が置換したアルキル基が挙げられる。

【0026】置換又は無置換のアリール基の例としては、フェニル基、ナフチル基、アンスラニル基、2-メチルフェニル基、及び3-メチルフェニル基、4-メチルフェニル基、2,3-ジメチルフェニル基、2,4-ジメチルフェニル基、2,5-ジメチルフェニル基、2,6-ジメチルフェニル基、3,4-ジメチルフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、3,6-ジメチルフェニル基、2,3,4-トリメチルフェニル基、2,3,5-トリメチルフェニル基、2,3,6-トリメチルフェニル基、2,4,5-トリメチルフェニル基、2,4,6-トリメチルフェニル基、3,4,5-トリメチルフェニル基、2-エチルフェニル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、ヘキシルフェニル基、シクロヘキシルフェニル基、オクチルフェニル基、2-メチル-1-ナフチル基、3-メチル-1-ナフチル基、4-メチル-1-ナフチル基、5-メチル-1-ナフチル基、6-メチル-1-ナフチル基、7-メチル-1-ナフチル基、8-メチル-1-ナフチル基、1-メチル-2-ナフチル基、3-メチル-2-ナフチル基、4-メチル-2-ナフチル基、5-メチル-2-ナフチル基、6-メチル-2-ナフチル基、7-メチル-2-ナフチル基、8-メチル-2-ナフチル基、2-エチル-1-ナフチル基等の炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のアルキル基が置換したアリール基。

【0027】3-メトキシフェニル基、4-メトキシフェニル基、2,3-ジメトキシフェニル基、2,4-ジメトキシフェニル基、2,5-ジメトキシフェニル基、2,6-ジメトキシフェニル基、3,4-ジメトキシフェニル基、3,5-ジメトキシフェニル基、3,6-ジメトキシフェニル基、2,3,4-トリメトキシフェニル基、2,3,5-トリメトキシフェニル基、2,3,6-トリメトキシフェニル基、2,4,5-トリメトキシフェニル基、2,4,6-トリメトキシフェニル基、3,4,5-トリメトキシフェニル基、2-エトキシフェニル基、プロポキシフェニル基、ブトキシフェニル基、ヘキシルオキシフェニル基、シクロヘキシルオキシフェニル基、オクチルオキシフェニル基、2-メトキシ-1-ナフチル基、3-メトキシ-1-ナフチル基、4-メトキシ-1-ナフチル基、5-メトキシ-1-ナフチル基、6-メトキシ-1-ナフチル基、7-メトキシ-1-ナフチル基、8-メトキシ-1-ナフチル基、1-メトキシ-2-ナフチル基、3-メトキシ-2-ナフチル基、4-メトキシ-2-ナフチル基、5-メトキシ-2-ナフチル基、6-メトキシ-2-ナフチル基、7-メトキシ-2-ナフチル基、8-メトキシ-2-ナフチル基、2-エトキシ-1-ナフチル基等の炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のアルコキシ基が置換したア

(8)

特開2000-26774

13

リール基、ヒドロキシフェニル基、ジヒドロキシフェニル基、トリヒドロキシフェニル基等のヒドロキシ基が置換したアリール基、

【0028】クロロフェニル基、ジクロロフェニル基、トリクロロフェニル基、ブロモフェニル基、ジブロモフェニル基、ヨードフェニル基、フルオロフェニル基、シフルオロフェニル基、トリフルオロフェニル基、テトラフルオロフェニル基、ペンタフルオロフェニル基等のハロゲン原子が置換したアリール基、トリフルオロメチルフェニル基等のハロゲン化アルキル基が置換したアリール基、N、N-ジメチルアミノフェニル基、N、N-ジエチルアミノフェニル基、N-フェニル-N-メチルアミノフェニル基、N-トリル-N-エチルアミノフェニル基、N-クロロフェニル-N-シクロヘキシルアミノフェニル基、N、N-ジトリルアミノフェニル基等のN-モノ置換アミノ置換アリール基、N、N-ジ置換アミノアリール基が挙げられ、他にメチルチオフェニル基、エチルチオフェニル基、メチルチオナフチル基、フェニルチオフェニル基等のアルキルチオアリール基、アリールチオアリール基等が挙げられる。

【0029】置換または無置換のヘテロ芳香族基の例としては、ビリジル基、メチルビリジル基、エチルビリジル基、クロロビリジル基、ブロモビリジル基、ニトロビリジル基、キノリル基、メチルキノリル基、エチルキノリル基、クロロキノリル基、ブロモキノリル基、ニトロキノリル基、フリル基、メチルフリル基、エチルフリル基、クロロフリル基、ブロモフリル基、ニトロフリル基、ピラニル基、メチルピラニル基、エチルピラニル基、クロロピラニル基、ブロモピラニル基、ニトロピラニル基、ピローリル基、メチルピローリル基、エチルピローリル基、クロロピローリル基、ブロモピローリル基、ニトロピローリル基、イミダゾリル基、メチルイミダゾリル基、エチルイミダゾリル基、クロロイミダゾリル基、ブロモイミダゾリル基、ニトロイミダゾリル基、オキサゾリル基、メチルオキサゾリル基、エチルオキサゾリル基、クロロオキサゾリル基、ブロモオキサゾリル基、ニトロオキサゾリル基、ピラゾリル基、メチルピラゾリル基、エチルピラゾリル基、クロロピラゾリル基、ブロモピラゾリル基、ニトロピラゾリル基、チエニル基、メチルチエニル基、エチルチエニル基、クロロチエニル基、ブロモチエニル基、ニトロチエニル基、チアゾリル基、メチルチアゾリル基、エチルチアゾリル基、クロロチアゾリル基、ブロモチアゾリル基、ニトロチアゾリル基、イソチアゾリル基、メチルイソチアゾリル基、エチルイソチアゾリル基、クロロイソチアゾリル基、ブロモイソチアゾリル基、ニトロイソチアゾリル基、イソキサゾリル基、メチルイソキサゾリル基、エチルイソキサゾリル基、クロロイソキサゾリル基、ブロモイソキサゾリル基、ニトロイソキサゾリル基、ビリミジル基、メチルビリミジル基、エチルビリミジル基、クロロビリミ

14

ジル基、ブロモビリミジル基、ニトロビリミジル基等が挙げられる。

【0030】置換又は無置換アルコキシ基の例としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基、ペントキシ基、1-メチルブトキシ基、2-メチルブトキシ基、3-メチルブトキシ基、1、1-ジメチルブトキシ基、1、2-ジメチルブトキシ基、2、2-ジメチルブトキシ基、1-エチルプロポキシ基、2-エチルプロポキシ基、ヘキシルオキシ基、シクロヘキシルオキシ基、ヘプタシルオキシ基、メチルシクロヘキシルオキシ基、オクタシルオキシ基、エチルシクロヘキシルオキシ基、ジメチルシクロヘキシルオキシ基、ノニルオキシ基、2-エチルヘキシルオキシ基、3、5、5-トリメチルヘキシルオキシ基、デシルオキシ基等の直鎖、分岐または環状の炭素数1~10のアルコキシ基、フルオロメトキシ基、トリフルオロメトキシ基、フルオロエトキシ基、トリフルオロエトキシ基、ヘキサフルオロエトキシ基、フルオロプロポキシ基、トリフルオロプロポキシ基、ヘキサフルオロプロポキシ基、クロロメトキシ基、トリクロロメトキシ基、クロロエトキシ基、トリクロロエトキシ基等のハロゲン原子が1~2個置換した直鎖、分岐または環状の炭素数1~10のハロゲン化アルコキシ基、メトキシメトキシ基、エトキシメトキシ基、プロポキシメトキシ基、ブトキシメトキシ基、シクロヘキシルオキシメトキシ基、メトキシメトキシメトキシ基、メトキシエトキシ基、エトキシエトキシ基、プロポキシエトキシ基、ブトキシエトキシ基、シクロヘキシルオキシエトキシ基、メトキシエトキシエトキシ基、エトキシエトキシエトキシ基、プロポキシエトキシエトキシ基、ブトキシエトキシエトキシ基、メトキシメチルエトキシ基、エトキシメチルエトキシ基、プロポキシメチルエトキシ基、ブトキシメチルエトキシ基、シクロヘキシルオキシメチルエトキシ基、メトキシエトキシメチルエトキシ基、エトキシエトキシメチルエトキシ基、プロポキシエトキシメチルエトキシ基、ブトキシエトキシメチルエトキシ基、2-[(2'-メトキシ)プロポキシ]プロポキシ基、メトキシプロポキシ基、エトキシプロポキシ基、エトキシプロポキシ基等の直鎖、分岐または環状の炭素数1~10のアルコキシアルコキシ基。

【0031】アルコキシアルコキシアルコキシ基、N-メチルアミノメトキシ基、N、N-ジメチルアミノメトキシ基、N-エチルアミノメトキシ基、N、N-ジエチルアミノメトキシ基、N-メチルアミノエトキシ基、N、N-ジメチルアミノエトキシ基、N-エチルアミノエトキシ基、N、N-ジエチルアミノエトキシ基、N-メチルアミノプロポキシ基、N、N-ジブチルアミノプロポキシ基、N-メチルアミノブトキシ基等の直鎖、分岐または環状の炭素数1~10のアルキルアミノアルコキシ基、メチルチオメトキシ基、エチルチオメトキシ基、プロピルチオメトキシ基、メチルチオエトキシ基、

(9)

特開2000-26774

15

エチルチオエトキシ基、プロピルチオエトキシ基等の直鎖、分岐または環状の炭素数1～10のアルキルチオアルコキシ基、フェノキシエトキシ基、ナフチルオキシエトキシ基、トリルオキシエトキシ基、エチルフェノキシエトキシ基等のアリールオキシアルコキシ基が挙げられる。

【0032】置換又は無置換アリールオキシ基の例としては、フェニルオキシ基、ナフチルオキシ基、アンスラニルオキシ基、2-メチルフェニルオキシ基、及び3-メチルフェニルオキシ基、4-メチルフェニルオキシ基、2, 3-ジメチルフェニルオキシ基、2, 4-ジメチルフェニルオキシ基、2, 5-ジメチルフェニルオキシ基、2, 6-ジメチルフェニルオキシ基、3, 4-ジメチルフェニルオキシ基、3, 5-ジメチルフェニルオキシ基、3, 6-ジメチルフェニルオキシ基、2, 3, 4-トリメチルフェニルオキシ基、2, 3, 5-トリメチルフェニルオキシ基、2, 3, 6-トリメチルフェニルオキシ基、2, 4, 5-トリメチルフェニルオキシ基、2, 4, 6-トリメチルフェニルオキシ基、3, 4, 5-トリメチルフェニルオキシ基、2-エチルフェニルオキシ基、プロピルフェニルオキシ基、ブチルフェニルオキシ基、ヘキシルフェニルオキシ基、シクロヘキシルフェニルオキシ基、オクチルフェニルオキシ基、2-メチル-1-ナフチルオキシ基、3-メチル-1-ナフチルオキシ基、4-メチル-1-ナフチルオキシ基、5-メチル-1-ナフチルオキシ基、6-メチル-1-ナフチルオキシ基、7-メチル-1-ナフチルオキシ基、8-メチル-1-ナフチルオキシ基、1-メチル-2-ナフチルオキシ基、3-メチル-2-ナフチルオキシ基、4-メチル-2-ナフチルオキシ基、5-メチル-2-ナフチルオキシ基、6-メチル-2-ナフチルオキシ基、7-メチル-2-ナフチルオキシ基、8-メチル-2-ナフチルオキシ基、2-エチル-1-ナフチルオキシ基等の炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のアルキル基が置換したアリールオキシ基。

【0033】3-メトキシフェニルオキシ基、4-メトキシフェニルオキシ基、2, 3-ジメトキシフェニルオキシ基、2, 4-ジメトキシフェニルオキシ基、2, 5-ジメトキシフェニルオキシ基、2, 6-ジメトキシフェニルオキシ基、3, 4-ジメトキシフェニルオキシ基、3, 5-ジメトキシフェニルオキシ基、3, 6-ジメトキシフェニルオキシ基、2, 3, 4-トリメトキシフェニルオキシ基、2, 3, 5-トリメトキシフェニルオキシ基、2, 3, 6-トリメトキシフェニルオキシ基、2, 4, 5-トリメトキシフェニルオキシ基、2, 4, 6-トリメトキシフェニルオキシ基、3, 4, 5-トリメトキシフェニルオキシ基、2-エトキシフェニルオキシ基、プロポキシフェニルオキシ基、ブトキシフェニルオキシ基、ヘキシルオキシフェニルオキシ基、シクロヘキシルオキシフェニルオキシ基、オクチルオキシフ

16

フェニルオキシ基、2-メトキシ-1-ナフチルオキシ基、3-メトキシ-1-ナフチルオキシ基、4-メトキシ-1-ナフチルオキシ基、5-メトキシ-1-ナフチルオキシ基、6-メトキシ-1-ナフチルオキシ基、7-メトキシ-1-ナフチルオキシ基、8-メトキシ-1-ナフチルオキシ基、1-メトキシ-2-ナフチルオキシ基、3-メトキシ-2-ナフチルオキシ基、4-メトキシ-2-ナフチルオキシ基、5-メトキシ-2-ナフチルオキシ基、6-メトキシ-2-ナフチルオキシ基、7-メトキシ-2-ナフチルオキシ基、8-メトキシ-2-ナフチルオキシ基、2-エトキシ-1-ナフチルオキシ基等の炭素数1～10の直鎖、分岐又は環状のアルコキシ基が置換したアリールオキシ基。

【0034】クロロフェニルオキシ基、シクロロフェニルオキシ基、トリクロロフェニルオキシ基、プロモフェニルオキシ基、ジプロモフェニルオキシ基、ヨードフェニルオキシ基、フルオロフェニルオキシ基、ジフルオロフェニルオキシ基、トリフルオロフェニルオキシ基、テトラフルオロフェニルオキシ基、ペンタフルオロフェニルオキシ基等のハロゲン原子が置換したアリールオキシ基、トリフルオロメチルフェニルオキシ基等のハロゲン化アルキル基が置換したアリールオキシ基、N, N-ジメチルアミノフェニルオキシ基、N, N-ジエチルアミノフェニルオキシ基、N-フェニル-N-メチルアミノフェニルオキシ基、N-トリル-N-エチルアミノフェニルオキシ基、N-クロロフェニル-N-シクロヘキシルアミノフェニルオキシ基、N, N-ジトリルアミノフェニルオキシ基等のN-モノ置換アミノアリールオキシ基、N, N-ジ置換アミノアリールオキシ基、メチルチオフェニルオキシ基、エチルチオフェニルオキシ基、メチルチオナフチルオキシ基、シクロヘキシルチオフェニルオキシ基等のアルキルチオアリールオキシ基、フェニルチオフェニルオキシ基、ナフチルチオフェニルオキシ基、フェニルチオナフチルオキシ基等のアリールチオアリールオキシ基等が挙げられる。

【0035】置換または無置換のアルキルチオ基の例としては、メチルチオ基、エチルチオ基、n-プロピルチオ基、イソプロピルチオ基、n-ブチルチオ基、イソブチルチオ基、sec-ブチルチオ基、n-ペンチルチオ基、1-メチルブチルチオ基、2-メチルブチルチオ基、3-メチルブチルチオ基、1, 1-ジメチルブチルチオ基、1, 2-ジメチルブチルチオ基、2, 2-ジメチルブチルチオ基、1-エチルプロピルチオ基、2-エチルプロピルチオ基、n-ヘキシルチオ基、シクロヘキシルチオ基、n-ヘプチルチオ基、メチルシクロヘキシルチオ基、n-オクチルチオ基、2-エチルヘキシルチオ基、エチルシクロヘキシルチオ基、ジメチルシクロヘキシルチオ基、n-ノニルチオ基、3, 5, 5-トリメチルヘキシルチオ基、n-デシルチオ基等の炭素数1～10の直鎖、分岐または環状のアルキルチオ基、メトキ

(10)

特開2000-26774

17

シメチルチオ基、エトキシシメチルチオ基、メトキシエチルチオ基、エトキシエチルチオ基、*n*-プロポキシエチルチオ基、イソプロポキシエチルチオ基、*n*-ブトキシエチルチオ基、イソブトキシエチルチオ基、*tert*-ブトキシエチルチオ基、*n*-ヘキシルオキシエチルチオ基、シクロヘキシルオキシエチルチオ基、2-メトキシプロピルチオ基、メトキシイソプロピルチオ基、2-エトキシプロピルチオ基、エトキシイソプロピルチオ基、2-プロポキシプロピルチオ基、プロポキシイソプロピルチオ基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルコキシアルキルチオ基。

【0036】メチルチオメチルチオ基、エチルチオメチルチオ基、メチルチオエチルチオ基、エチルチオエチルチオ基、*n*-プロピルチオエチルチオ基、イソプロピルチオエチルチオ基、*n*-ブチルチオエチルチオ基、イソブチルチオエチルチオ基、*tert*-ブチルチオエチルチオ基、*n*-ヘキシルチオエチルチオ基、シクロヘキシルチオエチルチオ基、2-メチルチオプロピルチオ基、メチルチオイソプロピルチオ基、2-エチルチオプロピルチオ基、エチルチオイソプロピルチオ基、2-プロピルチオプロピルチオ基、プロピルチオイソプロピルチオ基、メチルチオエトキシエチルチオ基、エチルチオエチルチオエチルチオ基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキルチオアルキルチオ基、*N*-メチルアミノメチルチオ基、*N*-メチルアミノエチルチオ基、*N*-エチルアミノメチルチオ基、*N*-エチルアミノエチルチオ基、*N*、*N*-ジメチルアミノメチルチオ基、*N*、*N*-ジエチルアミノメチルチオ基、*N*、*N*-ジメチルアミノエチルチオ基、*N*、*N*-ジエチルアミノエチルチオ基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状の*N*-アルキルアミノアルキルチオ基、*N*、*N*-ジアルキルアミノアルキルチオ基等を挙げることができる。

【0037】置換又は無置換アリールチオ基としては、例として、フェニルチオ基、トリルチオ基、クロロフェニルチオ基、トリフルオロフェニルチオ基、ナフチルチオ基、メチルナフチルチオ基、クロロナフチルチオ基等が挙げられる。置換または無置換のアルキルカルボニル基の例としては、メチルカルボニル基、エチルカルボニル基、*n*-プロピルカルボニル基、イソプロピルカルボニル基、*n*-ブチルカルボニル基、イソブチルカルボニル基、*sec*-ブチルカルボニル基、*n*-ペンチルカルボニル基、1-メチルブチルカルボニル基、2-メチルブチルカルボニル基、3-メチルブチルカルボニル基、1、1-ジメチルブチルカルボニル基、1、2-ジメチルブチルカルボニル基、2、2-ジメチルブチルカルボニル基、1-エチルプロピルカルボニル基、2-エチルプロピルカルボニル基、*n*-ヘキシルカルボニル基、シクロヘキシルカルボニル基、*n*-ヘプチルカルボニル基、メチルシクロヘキシルカルボニル基、*n*-オクチルカルボニル基、2-エチルヘキシルカルボニル基、エチ

18

ルシクロヘキシルカルボニル基、シメチルシクロヘキシルカルボニル基、*n*-ノニルカルボニル基、3、5、5-トリメチルヘキシルカルボニル基、*n*-デシルカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキルカルボニル基。

【0038】メトキシメチルカルボニル基、エトキシメチルカルボニル基、メトキシエチルカルボニル基、エトキシエチルカルボニル基、*n*-プロポキシエチルカルボニル基、イソプロポキシエチルカルボニル基、*n*-ブトキシエチルカルボニル基、イソブトキシエチルカルボニル基、*tert*-ブトキシエチルカルボニル基、*n*-ヘキシルオキシエチルカルボニル基、シクロヘキシルオキシエチルカルボニル基、2-メトキシプロピルカルボニル基、メトキシイソプロピルカルボニル基、2-エトキシプロピルカルボニル基、エトキシイソプロピルカルボニル基、2-プロポキシプロピルカルボニル基、プロポキシイソプロピルカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルコキシアルキルカルボニル基、メチルチオメチルカルボニル基、エチルチオメチルカルボニル基、メチルチオエチルカルボニル基、エチルチオエチルカルボニル基、*n*-プロピルチオエチルカルボニル基、イソプロピルチオエチルカルボニル基、*n*-ブチルチオエチルカルボニル基、イソブチルチオエチルカルボニル基、*tert*-ブチルチオエチルカルボニル基、*n*-ヘキシルチオエチルカルボニル基、シクロヘキシルチオエチルカルボニル基、2-メチルチオプロピルカルボニル基、メチルチオイソプロピルカルボニル基、2-エチルチオプロピルカルボニル基、エチルチオイソプロピルカルボニル基、2-プロピルチオプロピルカルボニル基、プロピルチオイソプロピルカルボニル基、メチルチオエトキシエチルカルボニル基、エチルチオエチルチオエチルカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキルチオアルキルカルボニル基、*N*-メチルアミノメチルカルボニル基、*N*-メチルアミノエチルカルボニル基、*N*-エチルアミノメチルカルボニル基、*N*-エチルアミノエチルカルボニル基、*N*、*N*-ジメチルアミノメチルカルボニル基、*N*、*N*-ジエチルアミノメチルカルボニル基、*N*、*N*-ジメチルアミノエチルカルボニル基、*N*、*N*-ジエチルアミノエチルカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状の*N*-アルキルアミノアルキルカルボニル基、*N*、*N*-ジアルキルアミノアルキルカルボニル基等を挙げることができる。

【0039】置換又は無置換アリールカルボニル基としては、例として、フェニルカルボニル基、トリルカルボニル基、クロロフェニルカルボニル基、トリフルオロフェニルカルボニル基、ナフチルカルボニル基、メチルナフチルカルボニル基、クロロナフチルカルボニル基等が挙げられる。置換または無置換のアルコキシカルボニル基の例としては、メトキシカルボニル基、エトキシカル

(12)

特開2000-26774

21

ルチオメチルアミノカルボニル基、メチルチオエチルア
 ミノカルボニル基、エチルチオエチルアミノカルボニル
 基、*n*-プロピルチオエチルアミノカルボニル基、イソ
 プロピルチオエチルアミノカルボニル基、*n*-ブチルチ
 オエチルアミノカルボニル基、イソブチルチオエチルア
 ミノカルボニル基、*tert*-ブチルチオエチルアミノ
 カルボニル基、*n*-ヘキシルチオエチルアミノカルボニ
 ル基、シクロヘキシルチオエチルアミノカルボニル基、
 2-メチルチオプロピルアミノカルボニル基、メチルチ
 オイソプロピルアミノカルボニル基、2-エチルチオプ
 ロピルアミノカルボニル基、エチルチオイソプロピルア
 ミノカルボニル基、2-プロピルチオプロピルアミノカル
 ボニル基、プロピルチオイソプロピルアミノカルボニ
 ル基、メチルチオエトキシエチルアミノカルボニル基、
 エチルチオエチルチオエチルアミノカルボニル基等の炭
 素数1～10の直鎖、分岐または環状のアルキルチオア
 ルキルアミノカルボニル基、*N*-メチルアミノメチルア
 ミノカルボニル基、*N*-メチルアミノエチルアミノカル
 ボニル基、*N*-エチルアミノメチルアミノカルボニル
 基、*N*-エチルアミノエチルアミノカルボニル基、*N*、
N-ジメチルアミノメチルアミノカルボニル基、*N*、*N*-
n-ジエチルアミノメチルアミノカルボニル基、*N*、*N*-
n-ジメチルアミノエチルアミノカルボニル基、*N*、*N*-
n-ジエチルアミノエチルアミノカルボニル基等の炭素数1～
 10の直鎖、分岐または環状の*N*-アルキルアミノアル
 キルアミノカルボニル基、*N*、*N*-ジアルキルアミノアル
 キルアミノカルボニル基等を挙げることができる。

【0043】置換又は無置換アリールアミノカルボニル
 基としては、例として、フェニルアミノカルボニル基、
 トリルアミノカルボニル基、クロロフェニルアミノカル
 ボニル基、トリフルオロフェニルアミノカルボニル基、
 ナフチルアミノカルボニル基、メチルナフチルアミノカル
 ボニル基、クロロナフチルアミノカルボニル基等が挙
 げられる。置換又は無置換*N*-アルキルアミノ基の例と
 しては、メチルアミノ基、エチルアミノ基、*n*-プロピ
 ルアミノ基、イソプロピルアミノ基、*n*-ブチルアミノ
 基、イソブチルアミノ基、*sec*-ブチルアミノ基、*n*-
 ヘンチルアミノ基、1-メチルブチルアミノ基、2-
 メチルブチルアミノ基、3-メチルブチルアミノ基、
 1、1-ジメチルブチルアミノ基、1、2-ジメチルブ
 チルアミノ基、2、2-ジメチルブチルアミノ基、1-
 エチルプロピルアミノ基、2-エチルプロピルアミノ
 基、*n*-ヘキシルアミノ基、シクロヘキシルアミノ基、
n-ヘプチルアミノ基、メチルシクロヘキシルアミノ
 基、*n*-オクチルアミノ基、2-エチルヘキシルアミノ
 基、エチルシクロヘキシルアミノ基、ジメチルシクロヘ
 キシルアミノ基、*n*-ノニルアミノ基、3、5、5-トリ
 メチルヘキシルアミノ基、*n*-デシルアミノ基等の炭
 素数1～10の直鎖、分岐または環状のアルキルアミノ
 基、メトキシメチルアミノ基、エトキシメチルアミノ

22

基、メトキシエチルアミノ基、エトキシエチルアミノ
 基、*n*-プロポキシエチルアミノ基、イソプロポキシエ
 チルアミノ基、*n*-ブトキシエチルアミノ基、イソブ
 トキシエチルアミノ基、*tert*-ブトキシエチルアミノ
 基、*n*-ヘキシルオキシエチルアミノ基、シクロヘキシル
 オキシエチルアミノ基、2-メトキシプロピルアミノ
 基、メトキシイソプロピルアミノ基、2-エトキシプロ
 ピルアミノ基、エトキシイソプロピルアミノ基、2-ブ
 ロポキシプロピルアミノ基、プロポキシイソプロピルア
 ミノ基等の炭素数1～10の直鎖、分岐または環状のア
 ルコキシアルキルアミノ基。

【0044】メチルチオメチルアミノ基、エチルチオメ
 チルアミノ基、メチルチオエチルアミノ基、エチルチオ
 エチルアミノ基、*n*-プロピルチオエチルアミノ基、イ
 ソプロピルチオエチルアミノ基、*n*-ブチルチオエチル
 アミノ基、イソブチルチオエチルアミノ基、*tert*-ブ
 チルチオエチルアミノ基、*n*-ヘキシルチオエチルア
 ミノ基、シクロヘキシルチオエチルアミノ基、2-メチ
 ルチオプロピルアミノ基、メチルチオイソプロピルアミ
 ノ基、2-エチルチオプロピルアミノ基、エチルチオイ
 ソプロピルアミノ基、2-プロピルチオプロピルアミノ
 基、プロピルチオイソプロピルアミノ基、メチルチオエ
 トキシエチルアミノ基、エチルチオエチルチオエチルア
 ミノ基等の炭素数1～10の直鎖、分岐または環状のア
 ルキルチオアルキルアミノ基、*N*-メチルアミノメチル
 アミノ基、*N*-メチルアミノエチルアミノ基、*N*-エチ
 ルアミノメチルアミノ基、*N*-エチルアミノエチルアミ
 ノ基、*N*、*N*-ジメチルアミノメチルアミノ基、*N*、*N*-
n-ジエチルアミノメチルアミノ基、*N*、*N*-ジメチルア
 ミノエチルアミノ基、*N*、*N*-ジエチルアミノエチルア
 ミノ基等の炭素数1～10の直鎖、分岐または環状の*N*-
 アルキルアミノアルキルアミノ基、*N*、*N*-ジアルキ
 ルアミノアルキルアミノ基等を挙げることができる。

【0045】置換又は無置換の*N*、*N*-ジアルキルアミ
 ノ基としては、例として*N*、*N*-ジメチルアミノ基、
N、*N*-ジエチルアミノ基、*N*、*N*-ジ(*n*-プロピ
 ル)アミノ基、*N*、*N*-ジ(イソプロピル)アミノ基、
N、*N*-ジ(*n*-ブチル)アミノ基、*N*、*N*-ジ(イソ
 ブチル)アミノ基、*N*、*N*-ジ(*sec*-ブチル)アミ
 ノ基、*N*、*N*-ジ(*n*-ヘンチル)アミノ基、*N*、*N*-
n-ジ(1-メチルブチル)アミノ基、*N*、*N*-ジ(2-メ
 チルブチル)アミノ基、*N*、*N*-ジ(3-メチルブチ
 ル)アミノ基、*N*、*N*-ジ(1、1-ジメチルブチル)
 アミノ基、*N*、*N*-ジ(1、2-ジメチルブチル)アミ
 ノ基、*N*、*N*-ジ(2、2-ジメチルブチル)アミノ
 基、*N*、*N*-ジ(1-エチルプロピル)アミノ基、*N*、
N-ジ(2-エチルプロピル)アミノ基、*N*、*N*-ジ
 (*n*-ヘキシル)アミノ基、*N*、*N*-ジ(シクロヘキシ
 ル)アミノ基、*N*、*N*-ジ(*n*-ヘプチル)アミノ基、
N、*N*-ジ(メチルシクロヘキシル)アミノ基、*N*、*N*

(11)

特開2000-26774

19

ボニル基、*n*-プロポキシカルボニル基、イソプロポキシカルボニル基、*n*-ブトキシカルボニル基、イソブトキシカルボニル基、*sec*-ブトキシカルボニル基、*n*-ペントキシカルボニル基、1-メチルブトキシカルボニル基、2-メチルブトキシカルボニル基、3-メチルブトキシカルボニル基、1, 1-ジメチルブトキシカルボニル基、1, 2-ジメチルブトキシカルボニル基、2, 2-ジメチルブトキシカルボニル基、1-エチルプロポキシカルボニル基、2-エチルプロポキシカルボニル基、*n*-ヘキシロキシカルボニル基、シクロヘキシロキシカルボニル基、*n*-ヘプトキシカルボニル基、メチルシクロヘキシロキシカルボニル基、*n*-オクチロキシカルボニル基、2-エチルヘキシロキシカルボニル基、エチルシクロヘキシロキシカルボニル基、ジメチルシクロヘキシロキシカルボニル基、*n*-ノニロキシカルボニル基、3, 5, 5-トリメチルヘキシロキシカルボニル基、*n*-デシロキシカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルコキシカルボニル基。

【0040】メトキシエトキシカルボニル基、エトキシエトキシカルボニル基、*n*-プロポキシエトキシカルボニル基、イソプロポキシエトキシカルボニル基、*n*-ブトキシエトキシカルボニル基、イソブトキシエトキシカルボニル基、*tert*-ブトキシエトキシカルボニル基、*n*-ヘキシロキシエトキシカルボニル基、シクロヘキシロキシエトキシカルボニル基、2-メトキシプロピルオキシカルボニル基、メトキシイソプロポキシカルボニル基、2-エトキシプロポキシカルボニル基、エトキシイソプロポキシカルボニル基、2-プロポキシプロポキシカルボニル基、プロポキシイソプロポキシカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルコキシアルコキシカルボニル基、メチルチオエトキシカルボニル基、エチルチオエトキシカルボニル基、*n*-プロピルチオエトキシカルボニル基、イソプロピルチオエトキシカルボニル基、*n*-ブチルチオエトキシカルボニル基、イソブチルチオエトキシカルボニル基、*tert*-ブチルチオエトキシカルボニル基、*n*-ヘキシルチオエトキシカルボニル基、シクロヘキシルチオエトキシカルボニル基、2-メチルチオプロポキシカルボニル基、メチルチオイソプロポキシカルボニル基、2-エチルチオプロポキシカルボニル基、エチルチオイソプロポキシカルボニル基、2-プロピルチオプロポキシカルボニル基、プロピルチオイソプロポキシカルボニル基、メチルチオエトキシエトキシカルボニル基、エチルチオエトキシエトキシカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキルチオアルコキシカルボニル基、*N*-メチルアミノメトキシカルボニル基、*N*-メチルアミノエトキシカルボニル基、*N*-エチルアミノメトキシカルボニル基、*N*-エチルアミノエトキシカルボニル基、*N*-ジメチルアミノメトキシカルボニル

20

基、*N*、*N*-ジエチルアミノメトキシカルボニル基、*N*、*N*-ジメチルアミノエトキシカルボニル基、*N*、*N*-ジエチルアミノエトキシカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状の*N*-アルキルアミノアルコキシカルボニル基、*N*、*N*-ジアルキルアミノアルコキシカルボニル基等を挙げることができる。

【0041】置換又は無置換アリールオキシカルボニル基としては、例として、フェノキシカルボニル基、トリロキシカルボニル基、クロロフェノキシカルボニル基、トリフルオロフェノキシカルボニル基、ナフトキシカルボニル基、メチルナフトキシカルボニル基、クロロナフトキシカルボニル基等が挙げられる。置換または無置換のアルキルアミノカルボニル基の例としては、メチルアミノカルボニル基、エチルアミノカルボニル基、*n*-プロピルアミノカルボニル基、イソプロピルアミノカルボニル基、*n*-ブチルアミノカルボニル基、イソブチルアミノカルボニル基、*sec*-ブチルアミノカルボニル基、*n*-ペンチルアミノカルボニル基、1-メチルブチルアミノカルボニル基、2-メチルブチルアミノカルボニル基、3-メチルブチルアミノカルボニル基、1, 1-ジメチルブチルアミノカルボニル基、1, 2-ジメチルブチルアミノカルボニル基、2, 2-ジメチルブチルアミノカルボニル基、1-エチルプロピルアミノカルボニル基、2-エチルプロピルアミノカルボニル基、*n*-ヘキシルアミノカルボニル基、シクロヘキシルアミノカルボニル基、*n*-ヘプチルアミノカルボニル基、メチルシクロヘキシルアミノカルボニル基、*n*-オクチルアミノカルボニル基、2-エチルヘキシルアミノカルボニル基、エチルシクロヘキシルアミノカルボニル基、ジメチルシクロヘキシルアミノカルボニル基、*n*-ノニルアミノカルボニル基、3, 5, 5-トリメチルヘキシルアミノカルボニル基、*n*-デシルアミノカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキルアミノカルボニル基。

【0042】メトキシメチルアミノカルボニル基、エトキシメチルアミノカルボニル基、メトキシエチルアミノカルボニル基、エトキシエチルアミノカルボニル基、*n*-プロポキシエチルアミノカルボニル基、イソプロポキシエチルアミノカルボニル基、*n*-ブトキシエチルアミノカルボニル基、イソブトキシエチルアミノカルボニル基、*tert*-ブトキシエチルアミノカルボニル基、*n*-ヘキシロキシエチルアミノカルボニル基、シクロヘキシロキシエチルアミノカルボニル基、2-メトキシプロピルアミノカルボニル基、メトキシイソプロピルアミノカルボニル基、2-エトキシプロピルアミノカルボニル基、エトキシイソプロピルアミノカルボニル基、2-プロポキシプロピルアミノカルボニル基、プロポキシイソプロピルアミノカルボニル基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルコキシアルキルアミノカルボニル基、メチルチオメチルアミノカルボニル基、エチ

(13)

特開2000-26774

23

ージ(n-オクチル)アミノ基、N、N-ジ(2-エチルヘキシル)アミノ基、N、N-ジ(ジメチルシクロヘキシル)アミノ基、N、N-ジ(n-ノニル)アミノ基、N、N-ジ(3, 5, 5-トリメチルヘキシル)アミノ基、N、N-ジ(n-デシル)アミノ基、N-メチル-N-エチルアミノ基、N-プロピル-N-エチルアミノ基、N-ヘキシル-N-エチルアミノ基、N-オクチル-N-エチルアミノ基、N-(シクロヘキシル)-N-エチルアミノ基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキル置換アミノ基。

【0046】N、N-ジ(メトキシメチル)アミノ基、N、N-ジ(エトキシメチル)アミノ基、N、N-ジ(メトキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(エトキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(n-プロポキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(イソプロポキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(n-ブトキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(イソブトキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(tert-ブトキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(n-ヘキシルオキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(シクロヘキシルオキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(2-メトキシプロピル)アミノ基、N、N-ジ(メトキシイソプロピル)アミノ基、N、N-ジ(2-エトキシプロピル)アミノ基、N、N-ジ(エトキシイソプロピル)アミノ基、N、N-ジ(2-プロポキシプロピル)アミノ基、N、N-ジ(プロポキシイソプロピル)アミノ基、N、N-ジ(メトキシエトキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(エトキシエトキシエチル)アミノ基、N-メチル-N-(メトキシエチル)アミノ基、N-(プロピルオキシエチル)-N-エチルアミノ基、N-ヘキシルオキシエチル-N-エチルアミノ基、N-(エトキシエトキシエチル)-N-エチルアミノ基、N-(シクロヘキシルオキシエチル)-N-エチルアミノ基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルコキシ基で置換されたジアルキルアミノ基。

【0047】N、N-ジ(メチルチオメチル)アミノ基、N、N-ジ(エチルチオメチル)アミノ基、N、N-ジ(メチルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(エチルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(n-プロピルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(イソプロピルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(n-ブチルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(イソブチルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(tert-ブチルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(n-ヘキシルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(シクロヘキシルチオエチル)アミノ基、N、N-ジ(2-メチルチオプロピル)アミノ基、N、N-ジ(メチルチオイソプロピル)アミノ基、N、N-ジ(2-エチルチオプロピル)アミノ基、N、N-ジ(エチルチオイソプロピル)アミノ基、N、N-ジ(2-プロピルチオプロピル)アミノ基、N、N-ジ(プロピルチオイソプロピル)アミノ基、N、N-ジ(メチル

24

チオエトキシエチル)アミノ基、N、N-ジ(エチルチオエチルチオエチル)アミノ基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキルチオ基が置換したN、N-ジアルキルチオアルキルアミノ基、N、N-ジ(N-メチルアミノメチル)アミノ基、N、N-ジ(N-メチルアミノエチル)アミノ基、N、N-ジ(N-エチルアミノメチル)アミノ基、N、N-ジ(N-エチルアミノエチル)アミノ基、N、N-ジ(N、N-ジメチルアミノメチル)アミノ基、N、N-ジ(N、N-ジエチルアミノメチル)アミノ基、N、N-ジ(N、N-ジメチルアミノエチル)アミノ基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のN、N-ジ(N-アルキルアミノアルキル)アミノ基、N、N-ジ(N、N-ジアルキルアミノアルキル)アミノ基等が挙げられる。

【0048】置換又は無置換N-アリールアミノ基としては、例として、N-フェニルアミノ基、N-トリルアミノ基、N-クロロフェニルアミノ基、N-トリフルオロフェニルアミノ基、N-ナフチルアミノ基、N-メチルナフチルアミノ基、N-クロロナフチルアミノ基等が挙げられる。置換又は無置換N、N-ジアリールアミノ基の例としては、N、N-ジフェニルアミノ基、N、N-ジトリルアミノ基、N、N-ジクロロフェニルアミノ基、N、N-ジトリフルオロフェニルアミノ基、N、N-ジナフチルアミノ基、N、N-ジメチルナフチルアミノ基、N、N-ジクロロナフチルアミノ基等が挙げられる。置換又は無置換N-アルキル-N-アリールアミノ基の例としては、N-メチル-N-フェニルアミノ基、N-エチル-N-トリルアミノ基、N-メトキシエチル-N-クロロフェニルアミノ基、N-エチル-N-トリフルオロフェニルアミノ基、N-シクロヘキシル-N-ナフチルアミノ基、N-エチル-N-ナフチルアミノ基、N-2-エチルヘキシル-N-メチルナフチルアミノ基、N-メチル-N-クロロナフチルアミノ基等が挙げられる。

【0049】また、一般式(7)においては、隣り合う2個の基が一緒になり、N-アルキルイミド基、N-アリールイミド基、芳香環、ヘテロ芳香環を形成してもよい。その場合のN-アルキルイミド基の例としては、メチルイミド基、エチルイミド基、n-プロピルイミド基、イソプロピルイミド基、n-ブチルイミド基、イソブチルイミド基、sec-ブチルイミド基、n-ペンチルイミド基、1-メチルブチルイミド基、2-メチルブチルイミド基、3-メチルブチルイミド基、1, 1-ジメチルブチルイミド基、1, 2-ジメチルブチルイミド基、2, 2-ジメチルブチルイミド基、1-エチルプロピルイミド基、2-エチルプロピルイミド基、n-ヘキシルイミド基、シクロヘキシルイミド基、n-ヘブチルイミド基、メチルシクロヘキシルイミド基、n-オクチルイミド基、2-エチルヘキシルイミド基、エチルシク

(14)

25

ロヘキシルイミド基、ジメチルシクロヘキシルイミド基、*n*-ノニルイミド基、3, 5, 5-トリメチルヘキシルイミド基、*n*-デシルイミド基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキルイミド基、メトキシメチルイミド基、エトキシメチルイミド基、メトキシエチルイミド基、エトキシエチルイミド基、*n*-プロポキシエチルイミド基、イソプロポキシエチルイミド基、*n*-ブトキシエチルイミド基、イソブトキシエチルイミド基、*tert*-ブトキシエチルイミド基、*n*-ヘキシルオキシエチルイミド基、シクロヘキシルオキシエチルイミド基、2-メトキシプロピルイミド基、メトキシイソプロピルイミド基、2-エトキシプロピルイミド基、エトキシイソプロピルイミド基、2-プロポキシプロピルイミド基、プロポキシイソプロピルイミド基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルコキシアルキルイミド基、

【0050】メチルチオメチルイミド基、エチルチオメチルイミド基、メチルチオエチルイミド基、エチルチオエチルイミド基、*n*-プロピルチオエチルイミド基、イソプロピルチオエチルイミド基、*n*-ブチルチオエチルイミド基、イソブチルチオエチルイミド基、*tert*-ブチルチオエチルイミド基、*n*-ヘキシルチオエチルイミド基、シクロヘキシルチオエチルイミド基、2-メチルチオプロピルイミド基、メチルチオイソプロピルイミド基、2-エチルチオプロピルイミド基、エチルチオイソプロピルイミド基、2-プロピルチオプロピルイミド基、プロピルチオイソプロピルイミド基、メチルチオエトキシエチルイミド基、エチルチオエチルチオエチルイミド基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状のアルキルチオアルキルイミド基、*N*-メチルアミノメチルイミド基、*N*-メチルアミノエチルイミド基、*N*-エチルアミノメチルイミド基、*N*-エチルアミノエチルイミド基、*N*, *N*-ジメチルアミノメチルイミド基、*N*, *N*-ジエチルアミノメチルイミド基、*N*, *N*-ジメチルアミノエチルイミド基、*N*, *N*-ジエチルアミノエチルイミド基等の炭素数1~10の直鎖、分岐または環状の*N*-アルキルアミノアルキルイミド基、*N*, *N*-ジアルキルアミノアルキルイミド基等を挙げることができる。*N*-アリールイミド基の例としては、*N*-フェニルイミド基、*N*-トリルイミド基、*N*-クロロフェニルイミド基、*N*-トリフルオロフェニルイミド基、*N*-ナフチルイミド基、*N*-メチルナフチルイミド基、*N*-クロロナフチルイミド基等が挙げられる。

【0051】芳香環の例としては、ベンゼン、トルエン、キシレン、アニリン、メチルアニリン、*N*-メチルアニリン、*N*, *N*-ジメチルアニリン、エチルアニリン、*N*-エチルアニリン、フェノール、安息香酸、ニトロベンゼン、ニトロトルエン等のベンゼン環、ナフタレン、メチルナフタレン、エチルナフタレン、ニトロナフタレン、ヒドロキシナフタレン等のナフタレン環、アン

特開2000-26774

26

トラセン、メチルアントラセン、ニトロアントラセン等のアントラセン環等が挙げられる。ヘテロ芳香環の例としては、トリアジン、ピリジン、ピラジン、ピリミジン、ピラゾール、ピリダジン、ピロール、キノリン、イソキノリン、チアゾール、ベンゾチアゾール、オキサゾール、ベンゾオキサゾール、フェニキサジン、フェノチアジン等の含窒素芳香環、フラン、ピラン、ベンゾフラン、キサンテン、クロメン、フェノキサチン等の含酸素芳香環、チオフェン等の含硫黄芳香環等が挙げられる。

【0052】さらに、一般式(8)における活性メチレン基の例としては、メチルカルボニルメチル基、エチルカルボニルメチル基等のアルキルカルボニルメチル基、アミノカルボニルメチル基、メチルアミノカルボニルメチル基、ジメチルアミノカルボニルメチル基、エチルアミノカルボニルメチル基、ジエチルアミノカルボニルメチル基、フェニルアミノカルボニルメチル基等のアミノカルボニルメチル基、メトキシカルボニルメチル基、エトキシカルボニルメチル基、フェノキシカルボニルメチル基等のオキシカルボニルメチル基等が挙げられる。

【0053】本発明の方法により、得られた超微粒子色素分散液は、粒子径が200nm以下、好ましくは100nm以下、更に好ましくは50nm以下であり、極めて微細な粒子を有し、且つ透明性が高い。本発明の色素分散液は、インクジェットインク、水性インク、水性塗料等に用いられる。インクジェットインクとは、パーソナルコンピューター、ワードプロセッサ等の出力機器等として用いられるインクジェットプリンター用のインクであり、水性インクとは、通常、紙等の被記録材料に水性ペン等の記録具を用いて使用する記録用インクであり、水性塗料とは、通常、紙、布、塗料等の材料に膜状に被覆させるものである。いずれの場合も、通常、色素、水系溶媒および添加剤等から成る。本発明では、この色素、水系溶媒として、本発明の超微粒子色素分散液を使用することを特徴とする。

【0054】本発明のインクジェットインクでは、色素としては、通常、黒、黄、マゼンタおよびシアンの4種のインクを使用するが、濃度、精度、調色、組み合わせ等により、これに限定されるものではない。インクジェット記録方式において、多くは、インクを急激に加熱し発生したバブルによりインクを吐出させるバブル方式、電圧を印加すると変形するセラミックを用いてインクを吐出させるピエゾ方式であり、いずれの方式でも使用することができる。インクジェットインクは、インクとしてインクジェットプリンター内に装入して使用するが、インクの補充、メンテナンス等を容易にするため、通常、所定のインクカートリッジに充填して使用する。本発明の色素分散液をインクジェットインクとして用いた印刷画像は、極めて鮮明性に優れている。

【0055】本発明の水性インクでは、通常、複数の色

(15)

特開2000-26774

27

28

素の組み合わせにより調色したインクを使用するが、単一の色素であっても構わない。水性インクは、インクの補充、メンテナンス等を容易にするため、通常、所定のインクカートリッジに充填して使用する。また、本発明の水溶性染料では、通常、複数の色素の組み合わせにより調色したインクを使用するが、単一の色素であっても構わない。刷毛、バーコーター、コテ、スプレー等の器具を用いて塗付する。

【0056】

【実施例】以下に、実施例をもって詳細に説明するが、本発明は以下の例に限定されるものではない。

実施例1（色素分散液の調製例1）

N、N-ジメチルホルムアミド8.00重量部に、ポリビニルピロリドン【東京化成（株）製試薬、K-30】2.00重量部および前記式（1）で表される色素【三井化学（株）製品】0.27重量部を加え、80℃で攪拌溶解させた。この温度を保ちながら、減圧条件下で、N、N-ジメチルホルムアミドを留去して均一な色素含有樹脂2.26重量部を得た。この樹脂を乳鉢で粉碎し、粉末にした。室温にて、蒸留水5.0重量部をビーカーにはかりとり、マグネチックスターラーで攪拌しながら、この色素含有樹脂0.1重量部を徐々に加えていくと、均一で透明な橙黄色分散液が得られた。この分散液中の分散粒子の平均粒径を光散乱型粒径分布計【大塚電子（株）製LPA-3100】で測定した結果、20nmであった。

【0057】実施例2（インク製造例1）

実施例1で作製した分散液を、ピエゾ式インクジェットプリンター【セイコーエプソン社製品MJ830C】のカートリッジに入れ、普通紙にべた打ちし、下記の方法で評価した。その結果、色むらもなく、鮮明な画像が得られた。また、滲みもほとんど認められなかった。

【評価方法】普通紙と光沢フィルム【セイコーエプソン（株）製】に、ピエゾ式インクジェットプリンターを用いて、同一の画像を印刷し、それぞれに印刷された画像を目視で比較した。両者がほぼ同じ色の場合を、鮮明な画像と認定した。

【0058】実施例3（色素分散液の調製例2）

N、N-ジメチルホルムアミド8.00重量部に、ポリビニルピロリドン【東京化成（株）製試薬、K-30】2.00重量部および式（2）で表される色素【三井化学（株）製品】0.27重量部を加え、80℃で攪拌溶解させた。この温度を保ちながら、減圧条件下で、N、N-ジメチルホルムアミドを留去し、均一な色素含有樹脂2.26重量部を得た。これを乳鉢で粉碎し、粉末にした。室温にて、蒸留水5.0重量部を攪拌しながら、この色素含有樹脂0.1重量部を徐々に加えていくと、均一で透明な赤紫色分散液が得られた。実施例1と同様に、この分散液の平均粒径を測定すると、7nmであった。

【0059】実施例4（インク製造例2）

実施例3で作製した分散液を、ピエゾ式インクジェットプリンター【セイコーエプソン社製品MJ830C】のカートリッジに入れ、普通紙にべた打ちした結果、鮮明な画像が得られた。また、滲みもほとんど認められなかった。

【0060】実施例5（色素分散液の調製例3）

N、N-ジメチルホルムアミド8.25重量部に、ポリビニルピロリドン【東京化成（株）製試薬、K-30】2.01重量部および式（3）で表される色素【三井化学（株）製品】0.27重量部を加え、80℃で攪拌溶解させた。この温度を保ちながら、減圧条件下で、N、N-ジメチルホルムアミドを留去し、均一な色素含有樹脂2.33重量部を得た。これを乳鉢で粉碎し、粉末にした。室温にて、蒸留水5.0重量部を攪拌しながら、この色素含有樹脂0.1重量部を徐々に加えていくと、均一で透明な橙黄色分散液が得られた。実施例1と同様に、この分散液の平均粒径を測定すると、13nmであった。

【0061】実施例6（インク製造例3）

実施例5で作製した分散液を、インクジェットプリンター機【セイコーエプソン社製品MJ830C】のカートリッジに入れ、普通紙にべた打ちした結果、鮮明な画像が得られた。また、滲みもほとんど認められなかった。

【0062】実施例7（色素分散液の調製例4）

ポリオキシエチレン高分子【花王（株）製品、エマルゲン913】1.35重量部に式（1）の色素【三井化学（株）製品】0.15重量部を加え、85～90℃で攪拌溶解させ、均一な色素含有高分子1.50重量部を得た。結晶が析出しないよう、この温度を保って保管した。室温にて、蒸留水5.0重量部を攪拌しながら、この色素含有樹脂0.1重量部を徐々に加えていくと、均一で透明な橙黄色分散液が得られた。実施例1と同様に、この分散液の平均粒径を測定すると、25nmであった。この分散液を、インクジェットプリンター機【セイコーエプソン社製品MJ830C】のカートリッジに入れ、普通紙に印刷すると鮮明な画像が得られた。また、滲みもほとんど認められなかった。

【0063】実施例8（色素分散液の調製例5）

N、N-ジメチルホルムアミド8.16重量部に、ポリビニルピロリドン【東京化成（株）製試薬、K-15】2.00重量部および特開昭51-106125号公報記載の方法により合成した下記式（9）（化6）で表される色素0.27重量部を加え、80℃で攪拌溶解させた。この温度を保ちながら、減圧条件下で、N、N-ジメチルホルムアミドを留去すると、均一な色素含有樹脂2.25重量部が得られた。これを乳鉢で粉碎し、粉末にした。室温にて蒸留水5.0重量部を攪拌しながら、この色素含有樹脂0.1重量部を徐々に加えていくと、均一で透明な橙黄色分散液が得られた。実施例1と同様に、

(15)

特開2000-26774

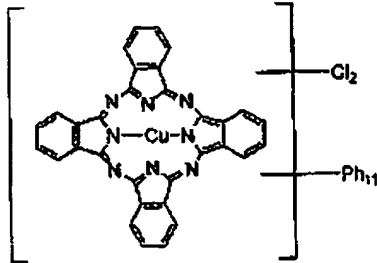
29

30

に、この分散液の平均粒径を測定すると、18nmであった。

【0064】

【化6】



この分散液を水性ペン用のインクカートリッジに入れて用いることにより、普通紙に、にじみがなく、鮮明な根画が描くことができた。画像は、従来の水性ペンの場合と比べ、水滴を落としても滲むことなく、耐水性に優れていた。また、この分散液をバーコーターでガラス板上に塗付し、乾燥すると、透明な塗膜となった。

【0065】実施例9～12

*29

第1表

実施例		1及び2	3及び4	5及び6	7	8
色素	種類 重量部	式(1) 0.27	式(2) 0.27	式(3) 0.27	式(1) 0.15	式(9) 0.27
水性高分子	種類 重量部	K-30 2	← ←	← ←	E-913 1.35	K-15 2
有機溶媒	種類 重量部	DMP 8	← ←	← ←	— —	DMF 8.2
水系溶媒	種類 重量部	水 113	← ←	← ←	← 75	← 113
分散温度(℃)		室温(25)	←	←	←	←
分散粒径(nm)		20	7	13	25	18
評価	IJインク 水性インク 塗膜	◎	◎	◎	◎	◎ ◎

【0067】

【表2】

*実施例1において、色素量、水性高分子、有機溶媒等の種類や量を代えて、実施例1と同様にして色素分散液を調製し、実施例2と同様に評価した。調製条件、評価結果等をまとめて第1表(表1、2)に示した。なお、評価の項のIJインクはインクジェットインクでの評価を意味する。また、表中の略号は、下記の意味を表す。

K-15:ポリビニルピロリドンK-15

K-30:ポリビニルピロリドンK-30

K-90:ポリビニルピロリドンK-90

10 E-913:エマルゲン913

PG-#400:ポリエチレングリコール#400

SC-400:レオコールSC400

PVA-203:ポリビニルアルコール203

DMF:ジメチルホルムアミド

DMAc:ジメチルアセトアミド

EG:エチレングリコール

EG-M:エチレングリコールモノメチルエーテル

【0066】

【表1】

(17)

特開2000-26774

31

32

第1表 (つづき)

実施例		9	10	11	12
色素	種類 重量部	式(1) 0.02	式(1) 10	式(1) 0.02	式(1) 0.01
水溶性 高分子	種類 重量部	PG-#400 2	K-90 20	SC-400 2	PVA-208 1
有機 溶媒	種類 重量部	EG-M 100	DMAc 20	EG 100	- -
水系 溶媒	種類 重量部	水 198	10%-MeOH/水 10	水 200	10%-DMF/水 200
分散温度(℃)		80	45	5	98
分散粒径(nm)		27	32	51	43
評価	IJインク	◎		◎	◎
	水性インク	◎	◎	◎	◎
	塗膜		◎		◎

評価欄の「◎」は、それぞれ下記の状態を示す。

- ・IJインク：色むら、にじみがなく、画像が鮮明
- ・水性インク：普通紙に、にじみがなく線が描ける
- ・塗膜：透明で、にじりがない

【0068】比較例(特開平8-188722号公報の * 記式(2)及び(3)の色素でも行ったが、同様であっ
追試) 30 た。

水70重量部を45℃で撹拌しながら、シメチル-β-
シクロデキストリン8重量部を加え、溶解させた。次
に、前記式(1)の色素を加え撹拌を続けたが、色素は
添加初期の状態のままで、溶解せず、色素が沈降してし
まい、分散液は得られなかった。この液の平均粒径は5
000nm以上であった。また孔径0.2μmのフィ
ルターで濾過すると、全てがフィルターに残った。前*

【0069】

【発明の効果】本発明の超微粒子色素分散液は、極めて
透明性が高く、インクジェットインク、水性インク、水
性塗料として有用である。更に、インクジェットイン
ク、水性インクとして用いたとき、鮮明な画像が形成す
ることができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J038 CE021 CK031 DA041 DF021
DF041 FH031 JA34 JB16
JB18 KA08 MA08 NA01 PA06
PB11 PC10
4J039 AD06 AD20 AE07 BC02 BC07
BC08 BC09 BC10 BC16 BC17
BC34 BC35 BC39 BC50 BC59
BE01 BE02 BE22 CA06 EA33
EA41 EA42 GA24